

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di laboratorium Dasar Inovasi Bahan Bidang Teknofisikokimia, Pusat Penelitian Pengembangan Teknologi Maju (P3TM) - BATAN Yogyakarta. Penelitian serta pengolahan data dan penyusunan skripsi dilaksanakan dari bulan Juni - April 2004.

Untuk lokasi pengambilan cuplikan dilakukan di perairan Surabaya, dengan jumlah 12 titik sampling yang dilaksanakan pada tanggal 22 s/d 24 Juni 2004. Kegiatan penelitian di laboratorium dilaksanakan tanggal 1 Juli 2004 s/d Januari 2005.

3.2. Obyek Penelitian

Cuplikan yang diteliti adalah air sungai, air laut, sedimen, eceng gondok (*Eichhornia crassipes (Mart) Solms*), tanaman bakau (*Rhizophora.sp.*), ikan Belanak (*Moolgarda delicatus*), ikan Gelama (*Johnius (Johnieops) Borneen*) di Hulu, Tengah, Hilir, Muara sampai Pesisir Pantai di Perairan Surabaya. Obyek yang dikaji dalam penelitian ini adalah konsentrasi unsur logam berat (As, Cd, Zn, dan Co). Untuk air sungai penetapan klasifikasi menurut Peraturan Daerah Kota Surabaya No. 02 Tahun 2004, klasifikasi mutu air ditetapkan menjadi 4 (empat) kelas :

- a. Kelas I, yaitu air yang peruntukannya dapat digunakan untuk air baku air minum, dan atau peruntukan lain yang mensyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.
- b. Kelas II, yaitu air yang peruntukannya dapat digunakan untuk sarana/prasarana rekreasi air, pembudidayaan ikan air tawar dan air payau, peternakan, air untuk mengairi pertamanan, dan /atau peruntukan lain yang mensyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.
- c. Kelas III, yaitu air yang peruntukannya dapat digunakan untuk pembudidayaan ikan air tawar dan air payau, peternakan, air untuk mengairi pertamanan, dan/atau peruntukan lain yang mensyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.
- d. Kelas IV, air yang peruntukannya dapat digunakan untuk mengairi pertamanan dan/atau peruntukan lain yang mensyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut.

Pada lokasi penelitian penetapan kelas air pada sumber air yang alurnya di daerah sebagaimana dinyatakan dalam (*Lampiran A*) yaitu (Kelas I : Tengah Kali Surabaya (Karangpilang) dan Hulu Kali Wonokromo (Jagir Wonokromo); Kelas IV : Hilir Kali Surabaya (Gunungsari), Hulu Kali Mas (Darmokali), Muara Kali Wonokromo (Wonorejo), Muara Kali Sari (Sukolilo), Muara Kali Kedinding, Muara Kali Anak (Morokrembangan)). Sedangkan air laut penelitian pada daerah Pesisir pantai Wonokromo, Pesisir pantai Kenjeran, Pesisir Kedung Cowek dan Pesisir pantai Morokrembangan.

Tabel 3.1 Baku Mutu Air Sungai, Cara pengambilan dan Metode Analisis.

Baku Mutu Air Sungai sesuai peruntukannya Pemerintah Daerah Kota Surabaya No. 02 tahun 2004																		
No	Cuplikan	As (mg/l)		Cd (mg/l)		Zn (mg/l)		Co (mg/l)		Metode Analisis								
		I	II	III	IV	I	II	III	IV		I	II	III	IV				
1	Air Sungai	0.05	1	1	0.01	0.01	0.01	0.05	0.05	2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	Cara Pengambilan Cuplikan	Metode Analisis
																	Grab Sampling dan manual	AAS

Tabel 3.2 Baku Mutu Air laut, Cara pengambilan dan Metode Analisis.

No	Cuplikan	Parameter	Baku Mutu Air Laut sesuai peruntukannya Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 51 Tahun 2004	Cara pengambilan Cuplikan	Metode Analisis
			Baku Mutu Air Laut untuk Biota Laut		
		Arsen (As)	0,012 mg/l		
1	Air Laut	Cadmium (Cd)	0,001 mg/l		
		Seng (Zn)	0,05 mg/l	Grab Sampling dan Manual	AAS
		Kobalt (Co)	-		

Tabel 3.3 Baku Mutu Biota laut, Cara pengambilan dan Metode Analisis.

No	Cuplikan	Parameter	Batas Maksimum Cemaran Logam Dalam Makanan
			Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan No. 03725/B/SK/VII/1989
1	Ikan	Arsen (As)	1,0 mg/kg
		Cadmium (Cd)	-
		Seng (Zn)	100,0 mg/kg
		Kobalt (Co)	-



3.3. Pengumpulan Data

Data - data yang digunakan dalam penelitian ini meliputi :

1. Data primer

Data yang diperoleh langsung dari hasil penelitian secara laboratorium yang berupa hasil preparasi, aktivasi dalam Reaktor Riset Kartini dan analisis data (pencacahan sampel dalam spektrometer γ). Pengumpulan data primer ini dilaksanakan melalui beberapa tahap, antara lain :

- a. Metode pengambilan cuplikan dilakukan secara sesaat (*grab sampling*)
- b. Cara pengambilan cuplikan dilakukan secara manual.
- c. Proses pengawetan cuplikan :
 - Cuplikan Air diawetkan dengan penambahan HNO_3 , agar kandungan logam yang ada pada cuplikan tidak teradsorpsi pada wadah cuplikan.
 - Cuplikan biota diawetkan dengan peletakan pada wadah ice box, hal ini dilakukan untuk mencegah proses pembusukan pada biota.
- d. Preparasi cuplikan
Metode preparasi untuk tiap cuplikan berbeda-beda. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada (*Lampiran B3 – 1*)
- e. Analisis Cuplikan
Analisis cuplikan dilaksanakan secara kualitatif dan kuantitatif.

2. Data sekunder

Berupa kumpulan data dan informasi baik dari survey atau investigasi daerah penelitian, serta dari studi pustaka maupun laporan penelitian yang terkait dengan permasalahan. Data-data tersebut digunakan untuk memahami karakter dan permasalahan yang terjadi di daerah penelitian serta untuk merencanakan lokasi pengambilan cuplikan.

Data pendukung (sekunder) :

- a. Peta Administrasi skala 1 : 100000.
- b. Peta Aliran Sungai skala 1 : 100000.
- c. Peta Penggunaan Lahan skala 1 : 100000.
- d. Data penggunaan tanah untuk kawasan Morokrembangan.
- e. Data Industri yang berpotensi menghasilkan limbah B3.
- f. Data kumulatif jumlah industri di Surabaya tahun 2001.
- g. Data Kegiatan Pemantauan Kualitas Air di DPS Kali Brantas.
- h. Data Geografis dan Topografi kota Surabaya.

3.4. Alat dan Bahan Penelitian

3.4.1. Alat Penelitian

1. Alat Pengambilan Cuplikan

- Jerigen 5 / sebanyak 24 buah : sebagai wadah cuplikan air sungai dan air laut.
- Centong : sebagai alat bantu masuk sedimen ke dalam plastik.

- Ember : sebagai alat bantu pengumpulan biota sebelum dimasukkan dalam wadah.
- Gayung : Alat bantu penyiraman biota dengan air setempat.
- Plastik klip ukuran 2 kg : wadah cuplikan sedimen.
- Plastik hitam ukuran 5 kg : wadah cuplikan eceng gondok dan tanaman bakau.
- Sarung tangan 2 pasang : alat pelindung tangan pada saat pengambilan cuplikan.
- Perahu motor : alat transportasi pengambilan cuplikan di laut.
- Pisau cutter : untuk membersihkan/memotong eceng gondok dan tanaman bakau dari akar-akar.
- Nampan : wadah sedimen sebelum dimasukkan dalam plastik klip.
- Sepatu bot 3 pasang : alat pelindung dalam pengambilan cuplikan.
- 2 buah *Ice box* : wadah Cuplikan biota agar tidak busuk.
- GPS : untuk pemetaan titik koordinat (LS & BT)
- pH meter : alat pengukur pH larutan.
- Kamera : dokumentasi

2. Alat Preparasi Cuplikan

- Kertas saring : untuk menyaring air dari kotoran-kotoran sebelum dipekatkan.
- Cawan tahan panas (1000 ml) : wadah air untuk proses pemekatan diatas kompor listrik.
- Gelas ukur (1000 ml) : untuk mengukur air sebelum dipekatkan.

- Mikropipet (Eppendorf, Mettler) : mengukur volume standar (μL)
- Kompor listrik 300 watt : alat pemanas pada proses pemekatan air.
- Alat tumbuk : untuk menumbuk cuplikan biota dengan penambahan N_2 cair.
- Ayakan Karl Kalb 100 mesh : untuk mengayak cuplikan biota lolos 100 mesh.
- Cawan porselin : sebagai alat penghalus biota agar lolos 100 mesh.
- Timbangan digital Ohaus GT-410 Germany : untuk mengetahui berat kering cuplikan biota setelah lolos 100 mesh.
- Pisau bedah *stainless steel* : untuk menyayat daging ikan.
- Plastik klip : wadah cuplikan biota dan sedimen yang siap dianalisis.
- Botol plastik : wadah cuplikan air sungai dan laut yang siap dianalisis.
- Vial : sebagai wadah cuplikan yang siap dianalisis.
- *Freeze Drying* : alat pengering cuplikan pada suhu rendah (0°C)
- Alat pemanas spirtus : untuk melelehkan pinggiran vial agar tertutup rapat.

3. Alat Radiasi

- Reaktor Riset Kartini fasilitas (Lazy Susan) daya 100 kw, flux neutron $1,05 \times 10^{11} \text{ n.cm}^{-2}.\text{det}^{-1}$
- Klongsong sebanyak 34 buah
- Sarung tangan

- Alat penjepit

4. Alat Pencacahan

Perangkat Spektrometer γ :

- Stabilizer Philips 400 V_A
- Detektor HPGe, Ortec Canberra
- Software Genie 2000, Ortec Canberra
- Power Supply Ortec model 4001 - A
- Operation manual Spectroscopy System Canberra
- HV Power Supply Canberra model 3105

3.4.2. Bahan Penelitian

1. Bahan pengambilan cuplikan
 - HNO₃ (asam nitrat), untuk mengubah pH air.
 - Aquades, untuk pemurnian kristal air dan pencucian.
 - Es, untuk mengawetkan biota agar tidak busuk.
2. Bahan preparasi cuplikan
 - N₂ cair, sebagai bahan bantu pada saat penumbukan biota agar mudah halus & senyawa kimia dalam biota tidak terurai.
 - Aquades, sebagai bahan pencuci alat-alat laboratorium yang telah digunakan.
3. Bahan Kalibrasi
 - Sumber standar multi gamma (Eu-152), untuk kalibrasi tenaga.
4. Bahan Iradiasi
 - Standar primer

- SRM 2704 (*Buffallo Rivers Sediment*) dari National Institute of Standards & Technology.

- Standar sekunder

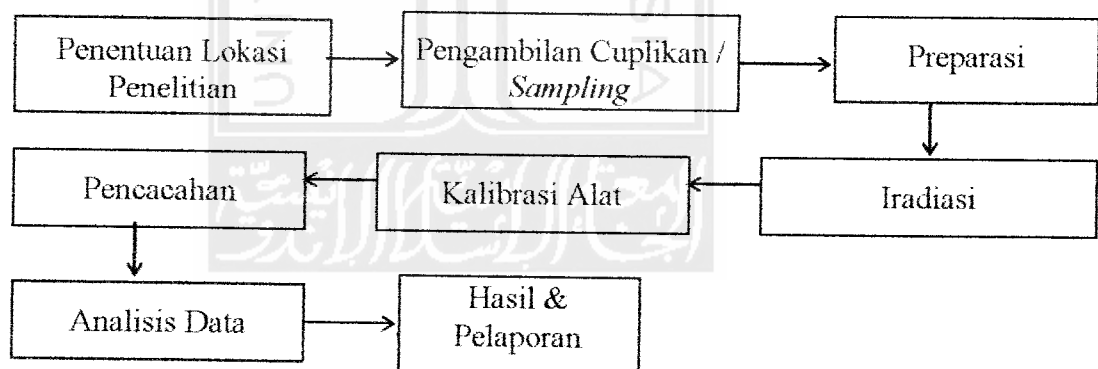
- *Cellulosa powder* CC41 (standar tambahan untuk padatan) dari Whatman, England.
- Larutan standar As : 5 ppm ; Cd : 20 ppm ; Zn : 20 ppm ; Co : 10 ppm dari Fisher Scientific, USA

5. Bahan Pencacah

- N₂ cair, untuk mendinginkan detektor.

3.5. Tahapan Penelitian

Tahapan dalam penelitian digambarkan sebagai berikut :



Gambar 3.1. Skema penelitian

3.5.1. Pengambilan Cuplikan

Metode pengambilan cuplikan yaitu pengambilan sesaat (*grab sample*) yang dilakukan pada 12 lokasi sampling yaitu ; Hulu, Tengah, Hilir, Muara sampai Pesisir Pantai di perairan Surabaya sebagaimana pada peta titik sampling

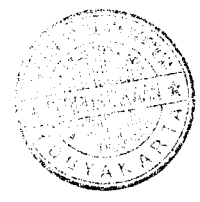
(Gambar 3.2) dan gambar lokasi sampling (Gambar 3.3 s.d 3.17). Cuplikan yang diambil adalah air sungai, air laut, sedimen, eceng gondok (*Eichhornia crassipes* (Mart) Solms), tanaman bakau (*Rhizophora.sp.*), ikan Belanak (*Moolgarda delicatus*) dan ikan Gelama (*Johnius (Johnieops) Borneen*).



TITIK SAMPLING



Gambar 3.2. Peta Lokasi Sampling



Berikut ini merupakan alasan dalam pengambilan lokasi *sampling* :

- Lokasi 1 : Tengah Kali Surabaya (Karang Pilang)

Alasan pemilihan lokasi *sampling* di Tengah Kali Surabaya (Karang Pilang) dikarenakan air sungai masih digunakan oleh PDAM Karang Pilang yang diperuntukkan sebagai sumber air minum (Kelas I) bagi masyarakat setempat dan sungai dianggap sebagai daerah aliran pertama yang memasuki kota Surabaya. Selain limbah buangan domestik, dari data industri (Bapedal) disekitar lokasi terdapat industri yang berpotensi mengaliri limbah bahan berbahaya dan beracun (B3) di sungai ini, serta banyak terdapat *home* industri lainnya. Pengambilan *sampling* di lokasi ini juga dimaksudkan untuk mengetahui konsentrasi logam berat (As, Cd, Zn dan Co) sebelum menuju lokasi Hilir Kali Surabaya.



Gambar 3.3. Lokasi 1, Tengah Kali Surabaya (Karang Pilang)



Gambar 3.4. Air sungai dimanfaatkan oleh PDAM Karang Pilang

- Lokasi 2 : Hilir Kali Surabaya (Gunungsari)

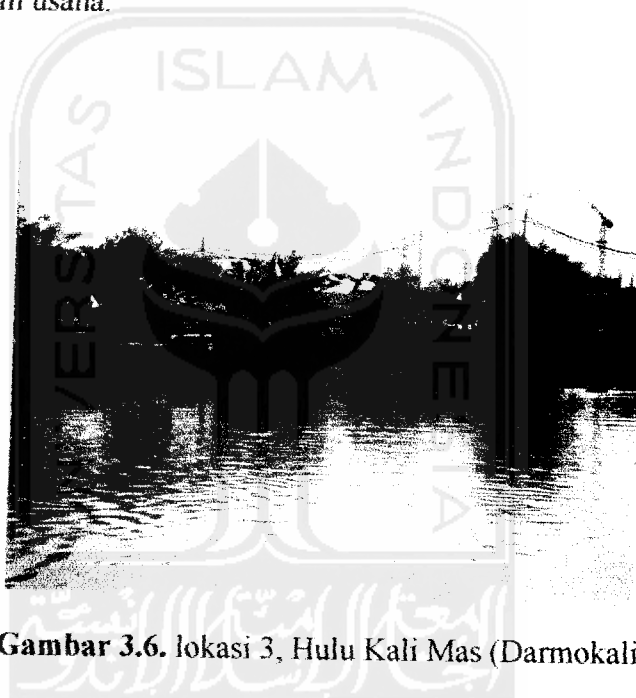
Alasan pemilihan lokasi *sampling* pada Hilir Kali Surabaya (Gunungsari) adalah untuk mengetahui apakah terjadi perubahan konsentrasi logam berat as, Cd, zn dan Co setelah melalui lokasi 2 (Tengah Kali Surabaya). Disekitar lokasi ini terdapat industri yang berpotensi mengeluarkan limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3), antara lain industri (seng gelombang, penyamakan kulit, serbet, perajutan, kaos, kulit reptil, korek api).



Gambar 3.5. Lokasi 2, Hilir Kali Surabaya (Gunungsari)

- Lokasi 3 : Hulu Kali Mas (Darmokali)

Alasan pemilihan lokasi sampling pada lokasi 3 karena sungai ini merupakan titik percabangan dari aliran Kali Surabaya dan disekitar lokasi juga terdapat Rumah Sakit, industri yang berpotensi mengeluarkan limbah Berbahaya dan Beracun (B3) seperti : industri perajutan, lampu pijar, bahan-bahan karet, cat dan *home indutri* (industri kertas bekas) yang tidak memiliki izin usaha.



Gambar 3.6. lokasi 3, Hulu Kali Mas (Darmokali)

- Lokasi 4 : Hulu Kali Wonokromo (Jagir Wonokromo)

Alasan pemilihan lokasi sampling pada lokasi 4 karena lokasi ini juga merupakan titik percabangan dari aliran Kali Surabaya, air sungai pada lokasi ini juga dimanfaatkan oleh PDAM sebagai sumber air baku bagi masyarakat Surabaya. Serta untuk mengetahui apakah terjadi perubahan konsentrasi logam berat setelah melewati lokasi 1 s.d 2.



Gambar 3.7. Lokasi 4, Hulu Kali Wonokromo



Gambar 3.8. Jagir Wonokromo

- Lokasi 5 : Muara Kali Wonokromo (Wonorejo)

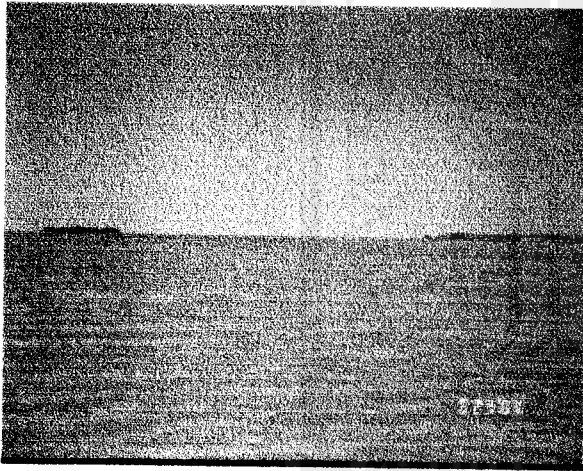
Alasan pemilihan lokasi sampling pada lokasi 5 untuk mengetahui konsentrasi logam berat yang ada di Muara Kali Wonokromo, apakah konsentrasi logam berat mengalami perubahan setelah melalui aliran dari Hulu Kali Wonokromo, karena lokasi ini merupakan tempat berkumpulnya aliran air sungai sebelum menuju ke pesisir pantai. Menurut informasi penduduk setempat banyak masyarakat yang mengambil ikan dengan menggunakan potassium dan di sekitar lokasi ini juga terdapat industri yang berpotensi mengeluarkan limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3), antara lain : industri tekstil dan lampu, yang aliran limbahnya ke Muara kali Wonokromo.



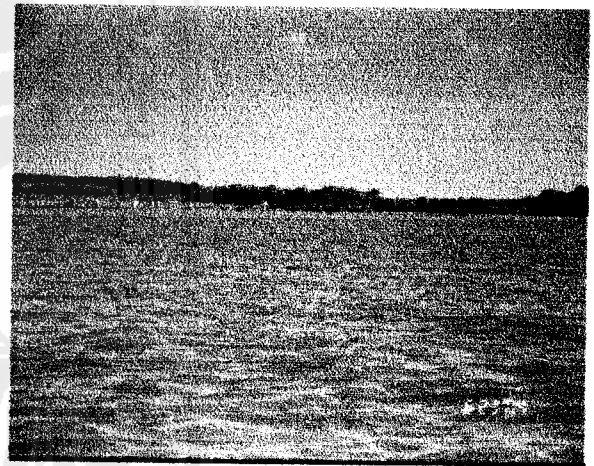
Gambar 3.9. Lokasi 5, Muara Kali Wonokromo

- Lokasi 6 : Pesisir Pantai Wonokromo

Alasan pemilihan lokasi sampling pada lokasi 6 karena pada lokasi ini merupakan tempat berkumpulnya aliran sungai dari lokasi 1,2,4 dan 5 serta pada lokasi ini nelayan memanfaatkan biota (ikan) sebagai mata pencahariannya, diketahui bahwa dengan banyaknya industri yang ada di Surabaya bukanlah tidak mungkin pencemaran logam akan terakumulasi pada biota (ikan). Selain itu juga apakah terjadi perubahan konsentrasi logam berat pada saat proses pengenceran oleh air melalui pasang surut air laut setelah melewati Muara Kali Wonokromo.



Gambar 3.10. Lokasi 6, Pesisir pantai Wonokromo



Gambar 3.11. Disekitar lokasi terdapat tambak ikan

- Lokasi 7 : Muara Kali Sari (Mulyosari)

Alasan pemilihan lokasi sampling pada lokasi 7 karena Muara Kali Sari merupakan cabang dari Tambaksedi dan Kali Mas dan lokasi ini merupakan tempat berkumpulnya aliran air sungai sebelum menuju ke pesisir pantai, disekitar lokasi juga terdapat perumahan seperti: Perumahan Mulyo sari, Laguna View dan perumahan BPD yang dekat jaraknya dengan lokasi pengambilan cuplikan, memungkinkan limbah domestik yang dihasilkan menjadi penyebab pencemaran yang ada.



Gambar 3.12. Lokasi 7, Muara Kali Sari

- Lokasi 8 : Pesisir Pantai Kenjeran (Sukolilo)

Alasan pemilihan lokasi 8 karena pada lokasi ini merupakan sarana rekreasi masyarakat dan nelayan memanfaatkan biota ikan sebagai mata pencaharian, dari hasil survey diketahui bahwa aliran air laut pada lokasi 8 juga dimanfaatkan masyarakat untuk membudidayakan ikan (pemancingan). Sedangkan dari peta industri diketahui bahwa aliran air sungai yang menuju lokasi 8 digunakan oleh industri untuk membuang limbahnya, antara lain : industri penyamakan kulit, perajutan, kawat baja. Serta untuk mengetahui apakah terjadi proses pengenceran yang disebabkan oleh arus air laut.



Gambar 3.13. Lokasi 8, Pesisir Pantai Kenjeran



Gambar 3.14. Area Pemancingan disekitar Pesisir pantai Kenjeran

- Lokasi 9 : Pesisir Kedung Cowek (Kedinding)

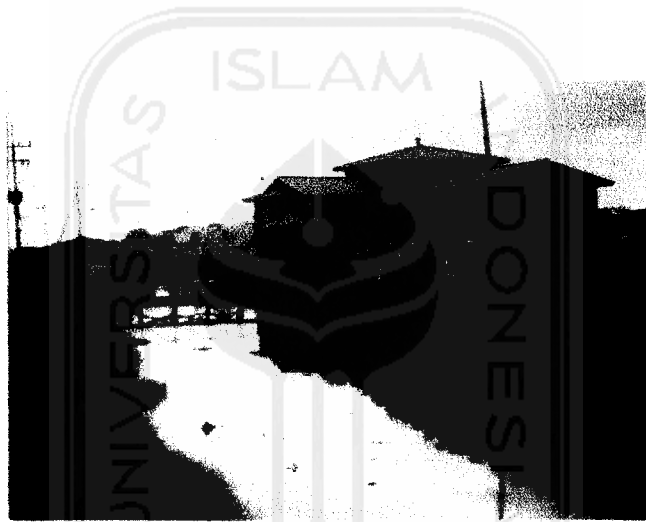
Alasan pemilihan lokasi sampling pada lokasi 9 karena Pesisir Kedung Cowek merupakan tempat berkumpulnya aliran dari Muara Kali Kedinding, apakah terjadi perubahan kadar logam pada saat proses pengenceran oleh air melauai pasang surut air laut setelah melewati Muara Kali Kedinding. Pada lokasi ini biota (ikan) juga dimanfaatkan oleh nelayan sebagai mata pencahariannya, dan bukanlah tidak mungkin pencemaran logam berat (As, Cd, Zn dan Co) dapat terakumulasi pada biota (ikan).



Gambar 3.15. lokasi 9, Pesisir Kedung Cowek

- Lokasi 10 : Muara Kali Kedinding (Tambaksedi)

Alasan pemilihan lokasi sampling pada lokasi 10 karena Muara kali Kedinding merupakan aliran air sungai dari Kali Mas (lokasi 3) dan tempat berkumpulnya aliran sungai sebelum masuk ke Pesisir Kedung Cowek dan untuk mengetahui apakah terjadi perubahan kadar logam berat setelah melewati aliran tersebut.



Gambar 3.16. Lokasi 10, Muara Kali Kedinding

- Lokasi 11 : Muara Kali Anak (Morokrembangan)

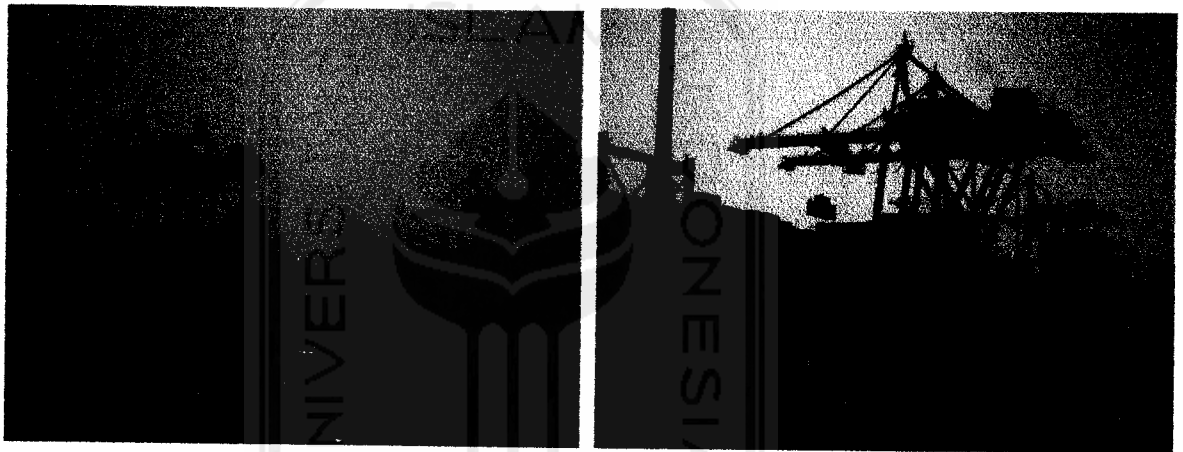
Alasan pemilihan lokasi 11 karena lokasi ini merupakan daerah Muara Kali Anak sebelum terlepas ke laut. Padatnya pertumbuhan pemukiman pada lokasi ini yang mana masyarakatnya memiliki kesadaran yang sangat rendah untuk menjaga lingkungan, selain limbah domestik yang menjadi permasalahan pada lokasi ini, banyak industri yang berpotensi menghasilkan limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3) dengan mengalirkan air buangnya ke Kali Anak, antara lain: industri cat, pelapisan seng, lampu.



Gambar 3.17. Lokasi 11, Muara Kali Anak (Morokrembangan)

- Lokasi 12 : Pesisir Pantai Morokrembangan

Alasan pemilihan lokasi sampling pada lokasi 12 untuk mengetahui kadar logam, apakah terjadi proses pengenceran oleh air laut dari Muara Kali Anak menuju Pesisir Pantai Morokrembangan, pada lokasi ini juga dekat dengan Terminal peti kemas. Pada lokasi 12 biota (ikan) juga dimanfaatkan oleh nelayan sebagai mata pencahariannya.



Gambar 3.18. Lokasi 12, Pesisir Pantai Morokrembangan (dekat terminal peti kemas)

3.5.1.1. Air sungai dan air laut

Air sungai diambil di Tengah Kali Surabaya, Hilir Kali Surabaya, Hulu Kali Mas, Hulu Kali Wonokromo, Muara Kali Kedinding, Muara Kali Wonokromo, Muara Kali Sari, Muara Kali Anak. Air Laut diambil di Pesisir Pantai Wonokromo, Pesisir Pantai Kenjeran, Pesisir Kedung Cowek dan Pesisir Pantai Morokrengan, cuplikan air dimasukkan ke dalam jerigen 2×5 liter yang telah dicuci dengan air setempat dan sudah diberi label sesuai dengan lokasi pengambilan, kemudian ditambahkan HNO_3 agar unsur yang terkandung dalam cuplikan tidak teradsorpsi pada dinding jerigen.

3.5.1.2. Sedimen sungai dan laut

Cuplikan sedimen sungai diambil dari Tengah Kali Surabaya, Hilir Kali Surabaya, Hulu Kali Mas, Hulu Kali Wonokromo, Muara Kali Wonokromo, Muara Kali Sari, Muara Kali Kedinding dan Muara Kali Anak, sedimen diambil pada dasar sungai. Sedangkan sedimen laut diambil di Pesisir Pantai Wonokromo, Pesisir Pantai Kenjeran, Pesisir Kedung Cowek dan Pesisir Pantai Morokrengan, sedimen diambil pada dasar pantai. Cuplikan yang telah diambil kemudian dimasukkan ke dalam plastik klip 2×2 kg yang sudah diberi label lokasi pengambilan cuplikan. Cuplikan sedimen yang diambil sama dengan lokasi pengambilan cuplikan air.

3.5.1.3. Eceng gondok (*Eichhornia crassipes* (Mart) Solms)

Pengambilan eceng gondok (*Eichhornia crassipes* (Mart) Solms) pada lokasi Tengah Kali Surabaya, Hilir Kali Surabaya, Hulu Kali Wonokromo, Muara Kali Wonokromo dan Muara Kali Kedinding. Eceng gondok (*Eichhornia*

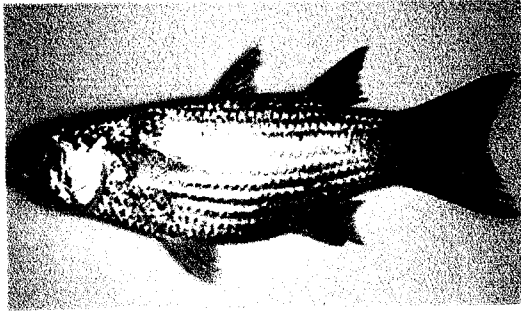
crassipes (Mart) Solms) di potong akarnya dengan pisau cutter dan dibersihkan lumpurnya dengan air setempat, kemudian dimasukkan dalam plastik 2 × 2 kg yang telah diberi label lokasi pengambilan cuplikan, setelah itu cuplikan dimasukkan dalam *ice box* agar tidak cepat membusuk.

3.5.1.4. Tanaman bakau (*Rhizophora.sp.*)

Pengambilan tanaman bakau (*Rhizophora.sp.*) di Muara Kali Sari. Di potong dengan pisau cutter, kemudian dicuci dengan air setempat dan dimasukkan dalam plastik yang telah diberi label lokasi pengambilan cuplikan, dan dimasukkan dalam *ice box*.

3.5.1.5. Ikan Belanak (*Moolgarda delicatus*) dan ikan Gelama (*Johnius (Johnieops) Borneen*)

Cuplikan ikan Belanak (*Moolgarda delicatus*) diambil di Pesisir Pantai Wonokromo, Pesisir Pantai Kenjeran, Pesisir Pantai Morokrembangan, sedangkan ikan Gelama (*Johnius (Johnieops) Borneen*) diambil di Pesisir Kedung Cowek. Ikan Belanak dan ikan Gelama yang didapat sebanyak ± 3 kg untuk tiap lokasi pengambilan, kemudian dicuci dengan air setempat dan dimasukkan dalam plastik yang telah diberi label lokasi pengambilan cuplikan dan dimasukkan dalam *ice box* untuk menjaga agar cuplikan tidak cepat membusuk. Biota (ikan) dijadikan sebagai salah satu spesies didalam penelitian ini dikarenakan hidupnya tidak berpindah-pindah dan dapat mengakumulasi logam-logam berat.



Gambar 3.19. Ikan Belanak
(*Moolgarda delicatus*)



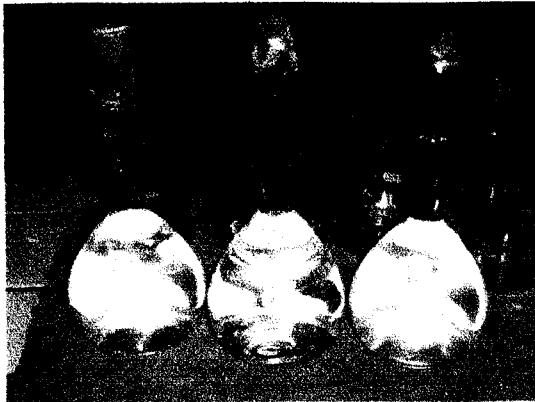
Gambar 3.20. Ikan Gelama (*Johnius*
(*Johnieops*) Borneen)

3.5.2. Preparasi Cuplikan

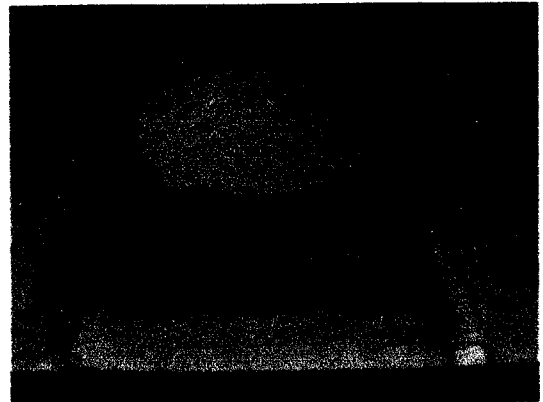
Preparasi dilakukan untuk mencegah agar cuplikan tidak terkontaminasi dengan bahan atau unsur-unsur lain sebelum dilanjutkan pada proses radiasi dan pencacahan cuplikan yang akan dianalisa atau dipakai. Untuk lebih jelasnya dapat dilihat pada *Lampiran B4-11 s.d B4-4*.

3.5.2.1. Prosedur Penyiapan Air Sungai dan Air Laut

Air sungai diambil dari 8 lokasi, yaitu dari Tengah Kali Surabaya, Hilir Kali Surabaya, Hulu Kali Mas, Hulu Kali Wonokromo, Muara Kali Kedinding, Muara Kali Wonokromo, Muara Kali Sari, Muara Kali Anak. Diambil air sungai 1 liter yang sudah disaring dengan kertas saring kemudian dipekatkan dengan proses dipanaskan dalam wadah porselin tahan panas sehingga volumenya menjadi 25 ml. Sedangkan untuk air laut diambil dari 4 lokasi, yaitu Pesisir Pantai Wonokromo, Pesisir Pantai Kenjeran, Pesisir Kedung Cowek dan Pesisir Pantai Morokrengan dipekatkan sampai volumenya menjadi 200 ml. Hasil dari pemekatan tersebut diambil 2 ml dan dimasukkan dalam vial ukuran 3 ml untuk diiradiasi bersama-sama dengan standar sekunder .



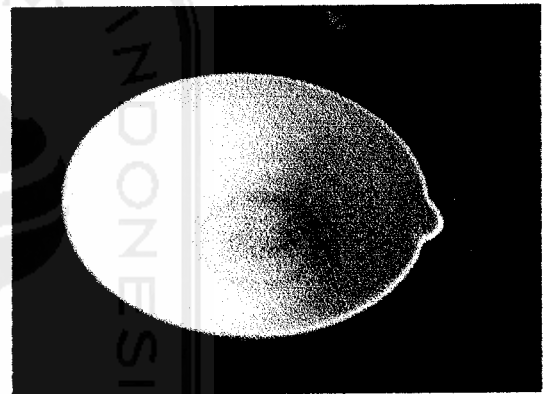
Gambar 3.21. Air setelah disaring



Gambar 3.22. Proses pemekatan air



Gambar 3.23. Proses pengeringan air



Gambar 3.24 . Air sungai yang dipekatkan



Gambar 3.25. Air laut yang dipekatkan



Gambar 3.26. Air siap dianalisis

3.5.2.2. Prosedur Penyiapan sedimen

Cuplikan sedimen pada setiap lokasi diletakkan dalam nampan dan diangin-anginkan sambil dibersihkan dari plastik dan kerikil. Setelah kering sedimen ditumbuk sampai lolos 100 mesh dan dihomogenkan, kemudian cuplikan ditimbang sebesar 0,1 gr dan dimasukkan dalam vial kemudian diiradiasi bersama-sama dengan SRM *River Sediment* dan standar sekunder dalam vial yang berbeda-beda tetapi dalam kelongsong yang sama, cuplikan siap diiradiasi.



Gambar 3.27. Serbuk kering sedimen lolos 100 mesh

3.5.2.3. Prosedur Penyiapan Eceng gondok (*Eichhornia crassipes* (Mart) *Solms*) dan Tanaman Bakau (*Rhizophora.sp.*)

Enceng Gondok sebanyak 2 kg dicuci dengan air setempat kemudian bagian batang dan daun dicampur menjadi satu kemudian diberi nitrogen cair yang suhunya -196°C , Enceng Gondok yang telah diberi nitrogen cair ditumbuk sampai halus. Selanjutnya dikeringkan dalam suhu rendah *freeze drying* selama 2 x 24 jam. Setelah kering kemudian dihomogenkan dan diayak sampai lolos 100

mesh, dan ditimbang guna mengetahui berat akhirnya. Cuplikan diambil 0,1gr dimasukkan ke dalam vial yang bersih, cuplikan siap diiradiasi.

Tanaman bakau sebanyak 2 kg dicuci dengan air setempat kemudian diambil daunnya saja dan dipanaskan pada alat pemanas yang suhunya 80°C, tanaman bakau yang telah mengering ditumbuk sampai halus dan diayak sampai lolos 100 mesh, setelah itu ditimbang guna mengetahui berat akhirnya. Cuplikan diambil 0,1g dimasukkan ke dalam vial yang bersih, agar siap diiradiasi.



Gambar 3.28. Serbuk kering eceng gondok dan tanaman bakau lolos 100 mesh

3.5.2.4. Prosedur Penyiapan Ikan Belanak (*Moolgarda delicatus*) dan ikan Gelama (*Johnius (Johnieops) Borneen*)

Proses awal pada preparasi cuplikan ikan adalah pengambilan daging ikan dengan menggunakan pisau bedah dipisahkan dari kepala, kulit, tulang dan isi perut. Kemudian dimasukkan dalam wadah yang berisi nitrogen cair yang suhunya -196°C, setelah itu ikan tersebut ditumbuk sampai halus. Selanjutnya dikeringkan dalam suhu rendah *freeze drying* selama 2 x 24 jam dan diayak

sampai lolos 100 mesh kemudian ditimbang guna mengetahui berat akhirnya dan dihomogenkan.

Cuplikan ikan diambil 0,1 g dimasukkan ke dalam 3 vial polietilen (triple) yang bersih, diiradiasi bersama-sama dengan larutan standar sekunder As, Cd, Zn dan Co sebanyak 0,5 µl ditambahkan *cellulose powder* ± 0,1 g yang dimasukkan dalam vial, cuplikan dan standar siap diiradiasi.



Gambar 3.29. Serbuk kering ikan setelah di *freeze drying*



Gambar 3.30. Serbuk kering ikan lolos 100 mesh

3.5.3. Preparasi standar

3.5.3.1. Standar Primer

Standar primer yang digunakan adalah SRM 2704 (*Buffalo Rivers Sediment*) dalam bentuk padatan (serbuk). Standar primer tersebut ditimbang 0,1 g dan dimasukkan ke dalam vial polietilen (diulangi 2 kali).

3.5.3.2. Standar Sekunder

Untuk cuplikan air, larutan standar sekunder dibuat dengan melakukan pengenceran dengan penambahan aquades yang dicampur larutan induk As, Cd,

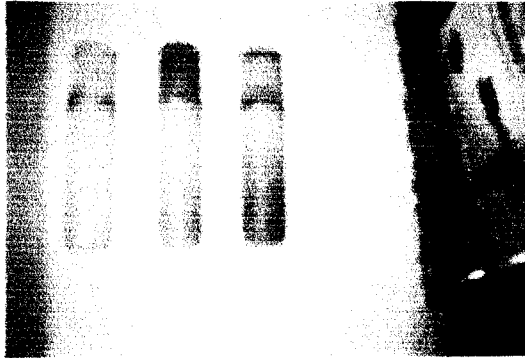
Zn dan Co sehingga larutan standar sekunder yang diperoleh masing-masing unsur mempunyai kadar yang berbeda-beda, untuk As 5 ppm, Cd 20 ppm, Zn 20 ppm, dan Co 10 ppm. Kemudian larutan standar diambil 2 ml dan dimasukkan ke dalam vial polietilen.

Untuk cuplikan padatan (sedimen dan biota) larutan standar sekunder juga mengalami pengenceran dengan penambahan aquades yang dicampur dengan larutan induk As, Cd, Zn dan Co, hanya saja pada proses dimasukkan ke dalam vial ditambahkan 0,1 g *Cellulosa powder* dan larutan standar yang diambil 0,5 ml.

3.5.4. Prosedur Iradasi dan Pencacahan

3.5.4.1. Prosedur Iradiasi

Cuplikan, larutan standar primer dan larutan standar sekunder masing-masing dalam vial polietilen setelah dimasukkan dalam kantong plastik berlabel dimasukkan bersama-sama dalam satu kelongsong polietilen, kemudian dimasukkan ke Reaktor Riset Kartini selama 12 jam dengan flux neutron $1,05 \times 10^{11} \text{ n.cm}^{-2}.\text{det}^{-1}$ pada lokasi Lazy Susan. Cuplikan, larutan standar primer dan larutan standar sekunder dikeluarkan dari Reaktor dan didiamkan hingga radionuklida dengan umur paro pendek meluruh habis kemudian dilakukan pencacahan cuplikan. Pencacahan cuplikan dilakukan dengan Spektrometer Gamma, data yang diperoleh dari hasil pencacahan dianalisis secara kualitatif pada penentuan tenaga sinar - γ dan kuantitatif pada besar intensitasnya.



Gambar 3.31. Kelongsong polietilen

3.5.4.2. Prosedur Pencacahan

3.5.4.2.1. Detektor HPGe

1. Cuplikan maupun standar yang akan dicacah diletakkan di atas detektor.
2. Tekan tombol OPEN DATA SOURCE dan tekan DETEKTOR.
3. Masukkan angka 600 pada fungsi tombol MCA dan tekan ENTER.
4. Untuk memulai pencacahan tekan tombol START.
5. Untuk menyimpan data cuplikan yang telah dicacah, tekan FILE kemudian tekan SAVE dan beri label nama cuplikan.
6. Untuk menyudahi pencacahan tekan CLEAR.
7. Untuk mengukur harga NET (luas peak) puncak spektrum, letakkan kursor pada EXPAND OFF, kemudian gerakkan kursor untuk mencari tenaga setiap unsur yang diinginkan harga NETTO akan terlihat pada monitor.

3.5.5. Kalibrasi Spektrometer Gamma (γ)

3.5.5.1. Kalibrasi Tenaga

Spektrometer Gamma (γ) sebelum digunakan untuk analisis, perlu dilakukan kalibrasi alat. Untuk suatu perangkat spektrometer γ dan satu "Setting"

kondisi kerja (tegangan tinggi, penguat dan lain-lain) perlu dicari hubungan antara nomor salur dan tenaga. Hal ini dilakukan dengan jalan mencacah beberapa sumber standar (dalam penelitian ini digunakan satu sumber multigama (Eu 152) yaitu sumber yang sudah diketahui tingkat tenaga karakteristik gamma. Apabila dibuat plot tenaga sinar γ standar versus nomor saluran puncak serapan total masing-masing, maka akan didapat suatu garis lurus (lihat gambar 3.5). Plot semacam ini disebut kurva kalibrasi tenaga. Hubungan linear ini dapat dinyatakan secara matematis dalam suatu persamaan garis yang mempunyai bentuk umum:

$$Y = aX + b \quad (3-1)$$

Y = tingkat tenaga

X = nomor salur

Dengan demikian, hubungan linier tersebut dinyatakan secara pasti dan tidak bergantung kepada subyektivitas pembuata kurva atau yang menggunakannya. Untuk mengolah data kalibrasi menjadi persamaan garis linier digunakan metode kuadrat terkecil.

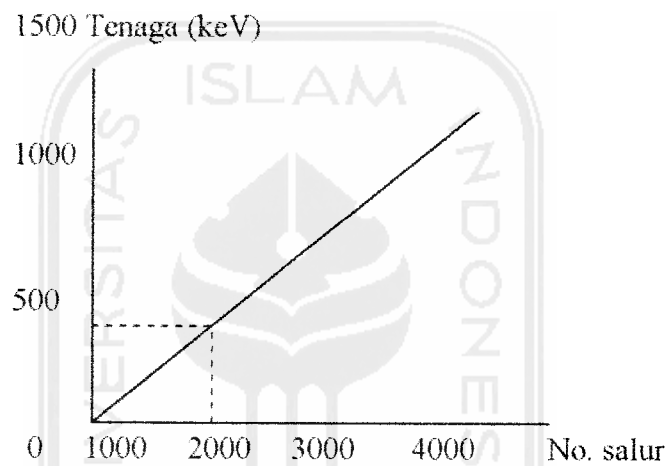
Jika ordinat Y adalah tenaga dan absis X adalah nomor salur, maka untuk setiap pengukuran puncak serapan total γ dari sumber standar akan didapat sepasang harga (X_i, Y_i). Untuk pengukuran n puncak γ , maka bisa ditentukan harga "slop" a dan titik potong (intercept) b secara garis linier sebagai berikut: (Susetyo, 1988).

$$a = \frac{\sum X_i Y_i - \frac{\sum X_i \sum Y_i}{n}}{\sum X_i - \frac{(\sum X_i)^2}{n}} \quad (3-2)$$

$$b = \frac{\sum Y_i}{n} - a \frac{\sum X_i}{n} \quad (3-3)$$

Keterangan: semua penjumlahan (Σ) dimulai $i = 1$ sampai $i = n$

$$r = \frac{\sum (X_i - \bar{X}) \cdot (Y_i - \bar{Y})}{\left[\sum (X_i - \bar{X})^2 \cdot \sum (Y_i - \bar{Y})^2 \right]^{1/2}} \quad (3-4)$$



Gambar 3.32. Kurva kalibrasi Tenaga
Sumber : Susetyo, 1988

3.5.5.2. Kalibrasi Efisiensi

Yang didapatkan dari hasil kalibrasi tenaga adalah luas puncak serapan total yang menunjukkan jumlah cacah radio nuklida yang terkandung dalam suatu puncak γ . Apabila dari luas puncak serapan tersebut digunakan untuk menentukan efisiensi, maka harga intensitas mutlak tenaga E adalah $(Y) E$, dan efisiensi deteksi juga merupakan fungsi $\varepsilon (E)$.

$$\% \varepsilon (E) = \frac{cps}{dps \cdot Y(E)} \cdot 100 \% \quad (3-5)$$

Keterangan :

Cps = laju cacah pada saat t detik

Dps = aktivitas sumber standar Eu-152

Y (E) = Yield atau intensitas mutlak (dari tabel tenaga radionuklida).

Sedangkan untuk mencari harga cps digunakan rumus sebagai berikut :

$$Cps = \frac{\text{Luas Puncak Serapan Total (cacah)}}{\text{Waktu Pencacahan (detik)}} \quad (3-6)$$

Untuk mencari aktivitas sumber Eu-152 didapat dari persamaan

$$A_t = A_o \cdot e^{-0,693 \cdot t / T_{1/2}} \quad (3-7)$$

3.5.6. Metode Analisis Data

3.5.6.1. Analisa Kualitatif

Kalibrasi tenaga diperlukan untuk tujuan analisis kualitatif spektrometer γ . Setelah kalibrasi dilakukan secara berulang-ulang dan didapat hasil yang mantap dan mempunyai puncak maka dapat dilakukan pengukuran cuplikan. Cuplikan dilakukan pada kondisi alat yang tepat sama dengan kondisi kalibrasi. Puncak-puncak dalam spektrum γ cuplikan dapat dicatat nomor salurnya (=X). Dengan menggunakan persamaan garis kalibrasi : $Y = aX + b$, maka didapat harga tenaga puncak γ (=Y) yang bersesuaian. Setelah mendapat harga tenaga (E), kemudian di cocokkan dengan tabel isotop (Erdtmann dan Soyka, 1979). Pencacahan dilakukan selama 500 - 1000 detik.

3.5.6.2. Analisis Kuantitatif

Setelah diketahui berapa jenis unsur logam yang terdapat dalam cuplikan secara kualitatif, maka selanjutnya dilakukan penentuan secara kuantitatif. Analisis kuantitatif ini dilakukan dengan cara relatif, yaitu membandingkan unsur-unsur dalam cuplikan dengan unsur-unsur yang ada dalam standar sertifikat. Cuplikan standar dan cuplikan diiradiasi dalam waktu yang sama. Untuk menentukan kadar suatu unsur dalam cuplikan cukup menggunakan perbandingan antara cacah yang dihasilkan cuplikan yang ditujukan dengan suatu persamaan:

$$Cps_t = \frac{\text{netto}}{t \text{ cacah}} \quad (3-8)$$

Keterangan :

Cps_t = laju cacah pada saat t detik

netto = hasil pencacahan selama waktu pencacahan

t cacah = lama waktu pencacahan (detik)

$$Cps_o = Cps_t \cdot e^{0.693 t/T} \quad (3-9)$$

Keterangan :

Cps_o = laju cacah pada saat $t=0$ (cps), yaitu saat penembakan neutron dihentikan

Cps_t = laju cacah pada saat t detik (cps)

t = waktu tunda cuplikan (jam)

T = waktu paruh unsur (jam)

Selanjutnya kadar dari unsur-unsur yang dapat dihitung menggunakan metode Komparatif dengan persamaan-persamaan sebagai berikut:

Perhitungan cuplikan air

$$\text{Kadar cuplikan} = \frac{\text{Cps}_o \text{ cuplikan}}{\text{Cps}_o \text{ standar}} \times K_s \quad (3-10)$$

Keterangan :

Kadar = kadar unsur yang dianalisa ($\mu\text{g}/\text{ml}$ atau $\mu\text{g}/\text{g}$ atau ppm)

Cps_o = laju cacah pada saat $t=0$ (cps), yaitu saat penembakan neutron dihentikan

K_s = kadar standar (As : 5 ppm, Cd dan Zn : 20 ppm, Co : 10 ppm).

Pada saat preparasi cuplikan air mengalami pemekatan, maka kadar cuplikan yang didapat juga harus disesuaikan dengan proses yang terjadi. Untuk air tawar pemekatan 40 kali dan air laut 5 kali. Persamaan yang digunakan sebagai berikut :

$$\text{Kadar} = \frac{\text{Kadarcuplikan}}{\text{Faktorpemekatan}} \quad (3-11)$$

Perhitungan Cuplikan padatan (sedimen, biota)

$$\text{Kadar cuplikan} = \frac{\text{Cps}_o \text{ cuplikan}}{\text{Cps}_o \text{ standar}} \times \text{Kadar standar} \quad (3-12)$$

$$\text{Kadar standar} = \frac{\text{kadar unsur tiap vial}}{\text{volume cuplikan}} \quad (3-13)$$

Keterangan :

Kadar = kadar unsur yang dianalisa ($\mu\text{g}/\text{ml}$ atau $\mu\text{g}/\text{g}$ atau ppm)

Cps_o = laju cacah pada saat $t=0$ (cps)

Kadar standar = kadar cuplikan standar (As: 5, Cd dan Zn: 20, Co: 10 ppm)

Volume cuplikan = berat cuplikan yang akan dianalisis (gram)

Mencari kadar rata-rata cuplikan dapat didefinisikan sebagai ukuran harga tengah yang didapat dari jumlah harga pengukuran dibagi

cacah (banyaknya) pengukuran, rumus yang digunakan adalah sebagai berikut :

$$\bar{x} = \frac{\sum xi}{n} \quad (3-14)$$

Keterangan :

\bar{x} = kadar rata-rata

$\sum xi$ = jumlah kadar tiap pencacahan (pengukuran)

n = jumlah cacah (pengukuran)

Langkah selanjutnya mencari standar deviasi (DS), rumus yang digunakan adalah :

$$\text{Standar deviasi} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (xi - \bar{x})^2}{(n-1)}} \quad (3-15)$$

Pengaruh semua parameter tersebut terhadap keberhasilan suatu pengukuran / analisis dapat dievaluasi dengan melihat besar keseksamaan (presisi) hasil analisis dengan melihat dari variasi hasil yang diperoleh apabila pekerjaan tersebut dilakukan berulang-ulang, dapat dilihat pada persamaan dibawah ini :

$$cv = \frac{DS}{KR} \times 100\% \quad (3-16)$$

$$\text{Keseksamaan (presisi)} = 100\% - cv \quad (3-17)$$

Keterangan :

cv = coefisien variation

DS = standar deviasi

KR = kadar rata-rata

Mencari faktor bioakumulasi (F_B) pada faktor distribusi (F_D), rumus yang digunakan sebagai berikut:

$$F_B = \frac{C_b}{C_a}, F_D = \frac{C_s}{C_a} \quad (3-18)$$

Keterangan:

F_B = faktor bioakumulasi (ml/g)

F_D = faktor distribusi (ml/g)

C_b = Konsentrasi biota ($\mu\text{g.g}^{-1}$)

C_s = Konsentrasi sedimen ($\mu\text{g.g}^{-1}$)

C_a = Konsentrasi air ($\mu\text{g.ml}^{-1}$)

3.6. Uji Akurasi Metode Penelitian

Pada metode penelitian ini dilakukan uji akurasi dengan cara menganalisis kadar suatu unsur SRM (*Standard Reference Material*) yang diperlakukan untuk cuplikan yang tidak diketahui kadar unsurnya. Akurasi menunjukkan kedekatan pengukuran terhadap nilai sebenarnya, dan mengukur kesesuaian antara hasil dan nilai sebenarnya (Sumardi, 2001).

Hasil dari analisis kadar unsur yang dilakukan dibandingkan dengan harga kadar unsur sejenis yang tercantum dalam sertifikat. Ketelitian (Akurasi) hasil pengukuran diukur dari seberapa dekat hasil analisis dengan harga yang tercantum dalam sertifikat, atau dengan kata lain seberapa besar bias antara kadar unsur dari pengukuran dibandingkan dengan data kadar unsur dalam sertifikat. Persamaan yang digunakan adalah sebagai berikut :

$$\text{Bias} = \frac{[KR_{(\text{Sertifikat})} - KR_{(\text{Ukur})}]}{KR_{(\text{Sertifikat})}} \quad (3.19)$$

$$\text{Akurasi} = 100\% - \text{bias} \quad (3.20)$$

Semakin kecil biasanya, maka semakin baik pula prosedur kerja dan alatnya, atau metode serta alat mempunyai akurasi tinggi. Nilai keakurasian dikatakan baik apabila $\geq 90\%$.

